

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



[8] (11) KUULUTUSJULKAISU
 UTLÄGGNINGSSKRIFT

74215

(45) Patentti myönnetty
 Patent meddelat 11 C1 1988

(51) Kv.Ik.⁴/Int.Cl.⁴ B 01 F 3/12

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
 Patent- och registerstyrelsen

(21) Patentihakemus - Patentansökning	791379
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	27.04.79
(23) Alkupäivä - Giltighetsdag	27.04.79
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	29.10.79
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	30.09.87
(86) Kv. hakemus - Int. ansökan	
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus - Begärd prioritet	28.04.78
Iso-Britannia-Storbritannien(GB)	16931/78
Toteennäytetty-Styrkt	

(71) Albright & Wilson Limited, Albright & Wilson House, Hagley Road West, Oldbury, Warley, West Midlands, Iso-Britannia-Storbritannien(GB)

(72) David Stainsby Golightly, Whitehaven, Cumbria,
 John Patrick Dennis Minogue, Cleator Moor, Cumbria,
 Iso-Britannia-Storbritannien(GB)

(74) Oy Kolster Ab

(54) Menetelmä talkin dispergoimiseksi -
 Förfarande för dispergering av talk

Keksinnön kohteena on menetelmä talkin dispergoimiseksi käytettäväksi paperin päällystämiseen. Tällaisia dispersioita valmistettaessa on kohtuullisen lyhyessä ajassa, n. 1 - 2 tunnissa, tavoitteena dispergoida talkkia niin paljon kuin mahdollista staabiiliin, pumpattavaan dispersioon. Mitä pienempi talkin osaskoko on, sitä vaikeampaa on päästä tähän tavoitteeseen.

Eräällä tunnetulla dispergointimenetelmällä, joka pystyy muodostamaan talkista 68,5 %:isen dispersion, laskettuna kokonaisdispersiosta, kun pääosa talkin osasista on kooltaan suurempia kuin 5,5 µm (sopiva paperin täyteaineeksi, on seuraava koostumus:

	<u>Dispersiossa, %</u>	<u>Talkissa, %</u>
Dispergoivana aineena:		
Maleiinihapon anhydridin ja di-isobutyleenin sekapolymeerin dinatriumsuola	0,68	1
Paksuntimena:		
Karboksimetyyliselluloosa	0,685	1
pH:n säätöön:		
1-m NaOH-liuos	0,78	1,13

Paperin päällystämiseen tarvitaan kuitenkin talkki, jossa pääosa osasista on kooltaan alle 2,5 μ m. Tunnetuilla dispergoivilla aineilla pystytään dispergoimaan korkeintaan noin 60 paino-% tällaisista osasista.

Tämän keksinnön mukaisesti on mahdollista saada päällysteasteisen talkin tyydyttävä dispersio, jos dispergointiyhdistelmään sisällytetään seuraavat oleelliset aineosat: i) dispergoimisine aine ja ii) kostutusaine, jolloin dispersion pH on 7 - 11.

Keksinnön mukaiselle menetelmälle on tunnusomaista, että talkki dispergoidaan vesipohjaiseen liuokseen, joka sisältää 0,1 - 2 %, talkin painosta laskettuna, polyakryylihappodispergointiainetta, jonka painonmukainen keskimääräinen molekyylipaino on pienempi kuin 100 000, ja ei-ionista tai anionista kostutusainetta, joka on oksietyloitu ja/tai oksipropyloitu rasva-alkoholi, oksietyloitu ja/tai oksipropyloitu rasvahappo, oksietyloitu ja/tai oksipropyloitu alkylifenoli, oksietyloitu ja/tai oksipropyloitu rasva-amiini, alkyylieetterisulfaatti, olefiinisulfonaatti, alkyylibentseenisulfonaatti, alkyylifenolieetterisulfaatti, alkyylisulfaatti, amiinieetterisulfaatti tai dialkyylisulfosukkinaatti, jolloin kostutusainetta on läsnä 0,1 - 2,5 %, talkin painosta laskettuna, ja mahdollisesti tehokkaan määrän vaahdonestoainetta, jolloin liuoksen pH on 7 - 11.

Dispergoiva aine on polyakryylihappodispergointiaine, jonka painon mukainen keskimääräinen molekyylipaino on edullisesti pienempi kuin 100 000 ja lukumäärän mukainen keskimääräinen molekyylipaino suurempi kuin 1 000, esim. 1 000 - 10 000.

Kostutusaineessa on edullisesti 1 tai 2 alkyyliryhmää, joissa on 8 - 10 hiiliatomia. Tyypillinen esimerkki on dioktyylisulfosukkinaatti, jossa on joko suora- tai haaraketjuisia alkyyliryhmiä.

Yhdistelmä voi valinnaisesti sisältää epäorgaanisia dispergoivia aineita, kuten natrium- tai kaliumpolyfosfaatteja, -silikaatteja tai -heksametafosfaatteja.

On toivottavaa välttää tai vähentää vaahtoamista; ja tämän keksinnön mukaisten edullisten suoritusmuotojen mukaan tähän päästään jollakin kolmesta tavasta:

- 1) valitsemalla kostutusaine (esim. dialkyylisulfosukkinaatti), jolla on suhteellisen vähäinen vaahtoamistapumus,
- 2) lisäämällä vaahdonestoainetta, kuten rasva-alkoholia tai silikonivaahdonestoainetta,

3) käyttämällä sekoitustekniikkaa, jossa ei esiinny kovin suurta nesteen ja kaasun välistä rajapintaa.

Esillä olevan keksinnön erään suoritusmuodon mukaisesti valmistetaan pysyvä pumpattava dispersio veteen, jolloin ainakin 60 paino-% dispersiosta on talkkia, jossa pääosa osasista on kooltaan alle $2,5 \mu\text{m}$, ja dispersio sisältää 0,1 - 2 %, laskettuna talkin painosta, polyakryylihappodispersgointiainetta, jonka lukumäärän mukainen keskimääräinen molekyylipaino on suurempi kuin 1 000 ja painon mukainen keskimääräinen molekyylipaino pienempi kuin 100 000, sekä 0,1 - 2,5 %, talkin painosta laskettuna, ei-ionista tai anionista kostutusainetta, ja dispersion pH on 7 - 11.

Edullisesti dispersio sisältää vähintään 65 paino-% talkkia, esim. 65 - 75 %. Dispersgointiaineen edullinen pitoisuus on 0,3 - 1 %, talkin painosta laskettuna.

Kostutusaineen pitoisuus on 0,5 - 2 %, talkin painosta laskettuna.

Edullinen pH on välillä 8 - 10,5.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä käytettävä dispersgointi-aine yhdistelmä voidaan valmistaa vesipitoiseksi väkevöitteeksi, joka sisältää 20 - 80 % dispersgointiainetta ja kostutusainetta yhteensä. Tämän väkevöitteen käyttäjä voi lisätä emästä pH:n säätämiseksi ja sitten vettä haluttuun laimennukseen, ennen sekoittamista talkin kanssa.

Keksintöä valaistaan seuraavin esimerkein.

Esimerkki 1

Dispersgoitavalla talkilla, joka tunnetaan nimellä Lohjatalc PV10, oli seuraava kokoerittely:

99,9 %	alle $20 \mu\text{m}$,
99 %	alle $10 \mu\text{m}$,
85 %	alle $5 \mu\text{m}$,
60 %	alle $2 \mu\text{m}$ ja
35 %	alle $1 \mu\text{m}$.

Dispersiolla oli seuraava koostumus:

Lohjatalc PV 10 65 % (kuivapaino),

Empicryl APD (di-isobutyleeni-maleiinihappoanhydridi-seka-polymerin natriumsuola, 25 %:n kuiva-ainepitoisuus) 0,49 % (0,75 % talkista laskettuna),

Empilan KA10/60 (C_{10-12} -rasva-alkoholin ja 10 moolia etoksylaattia seos, 80 %, vettä 20 %) 0,81 % (1,25 % talkista laskettuna),

molaarinen natriumhydroksidiliuos 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja

vettä, loput 100 %:iin.

Dispersio valmistettiin liuottamalla valmisteeseen kaikki vesiliukoiset komponentit tarvittavaan loppumäärään vettä ja sitten lisäämällä talkki liuokseen pikasekoittimen avulla 45 - 50 minuutin aikana.

Dispersion viskositeetti mitattiin Brookfield Viscometer-laitteella ja ympäristön lämpötilassa välittömästi käsittelyn jälkeen ja 3 päivän varastoinnin jälkeen. Liete pyrki paksunemaan ja laskeutumaan seistessään, mutta voitiin helposti palauttaa ennalleen lievästi sekoittaen.

Tulos

<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	480 mPa.s (cP)
3 päivää	160 mPa.s (cP)

Esimerkki 2

Valmistettiin dispersio esimerkin 1 mukaisesti. Dispersion koostumus oli seuraava:

Lohjatalc PV10 65 % (kuivapaino),

Dispex N40 (natriumpolyakrylaatti, kuiva-ainepitoisuus 40 %) 0,325 % (0,5 % talkista laskettuna),

Empimin OT (60 % aktiivista dioktyylisulfosukkinaattia) 0,975 % (1,5 % talkista laskettuna),

1-m natriumhydroksidiliuosta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja

vettä, loput 100 %:iin.

Viskositeetti mitattiin kuten esimerkissä 1 seuraavin tuloksien:

Tulos

<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	1 200 mPa.s (cP)
3 päivää	800 mPa.s (cP)

Esimerkki 3

Valmistettiin dispersio esimerkin 1 mukaisesti. Dispersiol- la oli seuraava koostumus:

Lohjatalc PV10 65 % (kuivapaino),

Dispex N40 0,2 % (0,3 % talkista laskettuna),

Empimin KSN70 (natrium-C₁₂₋₁₈-alkyyli, 3 moolia eetterisulfaattia) 1,17 % (1,8 % talkista laskettuna),

1-m natriumhydroksidiliuosta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja

vettä, loput 100 %:iin.

Viskositeetti mitattiin kuten esimerkissä 1 seuraavin tuloksin:

<u>Tulos</u>	
<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	2 300 mPa.s (cP)
3 päivää	800 mPa.s (cP)

Esimerkki 4

Valmistettiin dispersio esimerkin 1 mukaisesti paitsi, että Lohjatalc PV10:n asemesta käytettiin talkkia, joka tunnetaan nimellä Finntalc C10, jolla oli seuraava koostumus:

99 % alle 12 µm,
75 % alle 4 µm,
50 % alle 2,3 µm ja
25 % alle 1,2 µm.

Natriumpolyfosfaattia käytettiin deflokkulointiaineena.

Dispersiolla oli seuraava koostumus:

Finntalc C10 65 % (kuivapaino),
Empicryl APD 0,49 % (0,75 % talkista laskettuna),
Empilan KA10/80 0,81 % (1,25 % talkista laskettuna),
natriumpolyfosfaattia 0,065 % (0,1 % talkista laskettuna),
1-m natriumhydroksidiliuosta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja
vettä, loput 100 %:iin.

<u>Tulos</u>	
<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	960 mPa.s (cP)
3 päivää	280 mPa.s (cP)

Esimerkki 5

Valmistettiin dispersio kuten esimerkissä 2 paitsi, että Empicryl APD korvattiin samalla painomäärällä Dispex N40:ä.

<u>Tulos</u>	
<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	300 mPa.s (cP)
3 päivää	5 500 mPa.s (cP)

Esimerkki 6

Valmistettiin dispersio esimerkin 1 mukaisesti. Dispersiossa käytetty talkki oli Finntalc C10.

Natriumsilikaattia, jota myydään kauppanimellä Pyramid Grade No. 84 (Grosfields), käytettiin valinnaisena aineosana.

Dispersiolla oli seuraava koostumus:

Finntalc C10 65 % (kuivapaino),
Empicryl APD 0,49 % (0,75 % talkista laskettuna),
Empilan KA10/80 0,81 % (1,25 % talkista laskettuna),
natriumsilikaattia 0,33 % (0,5 % talkista laskettuna),
1-m natriumhydroksidiliuosta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja
vettä, loput 100 %:iin.

Tulos

<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	440 mPa.s (cP)
3 päivää	400 mPa.s (cP)

Esimerkki 7

Seuraavat vertailukokeet tehtiin käyttäen tämän hakemuksen sivulla 1 esitettyä dispergoimissysteemiä. Ts. 65 % kuiva-ainetta sisältävälle talkki-dispersiolle:

polyelektrolyytti-dispergointiainetta 0,65 % (1 % talkista laskettuna),

karboksimeetyyliselluloosaa 0,65 % (1 % talkista laskettuna), ja

1-m natriumhydroksidiliuosta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna).

Tätä dispergoimissysteemiä käytettiin yritettäessä valmistaa 65 %:isia talkkidispersioita sekä Finntalc C10:sta että Lohjatalc PV10:stä käyttäen Empicryl APD:tä polyelektrolyytti-dispergointiaineena.

Kummassakaan kokeessa ei ollut mahdollista dispergoida kaikkea talkkia.

Esimerkki 8

Esimerkin 7 koe toistettiin käyttäen Lohjatalc PV10:tä ja Displex N40:tä polyelektrolyytti-dispergointiaineena.

Ei ollut mahdollista dispergoida kaikkea talkkia.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä talkin dispergoimiseksi käytettäväksi paperin päällystämiseen, t u n n e t t u siitä, että talkki dispergoidaan vesipohjaiseen liuokseen, joka sisältää 0,1 - 2 %, talkin painosta laskettuna, polyakryylidispergointiainetta, jonka painonmukainen keskimääräinen molekyylipaino on pienempi kuin 100 000, ja ei-ionista tai anionista kostutusainetta, joka on oksietyloitu ja/tai oksipropyloitu rasva-alkoholi, oksietyloitu ja/tai oksipropyloitu rasvahappo, oksietyloitu ja/tai oksipropyloitu rasva-amiini, alkyylieetterisulfaatti, olefiinisulfonaatti, alkyylibentseenisulfonaatti, alkyylifenolieetterisulfaatti, alkyylisulfaatti, amiinieetterisulfaatti tai dialkyylisulfosukkinaatti, jolloin kostutusainetta on läsnä 0,1 - 2,5 %, talkin painosta laskettuna, ja mahdollisesti tehokkaan määrän vahdonestoainetta, jolloin liuoksen pH on 7 - 11.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään dispergointiainetta, jonka lukumäärän mukainen keskimääräinen molekyylipaino on suurempi kuin 1 000 ja edullisesti pienempi kuin 10 000.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään kostutusainetta, jossa on 1 tai 2 alkyyliryhmää, jotka sisältävät 8 - 10 hiiliatomia, esim. dioktyylisulfosukkinaattia.

4. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään vaahdonestoainetta, joka on rasva-alkoholi tai silikonit.

5. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pääosa talkkihiukkasista on pienempiä kuin 2,5 μm .

6. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että talkkia dispergoidaan vähintään 60 paino-%.

1. Förfarande för dispergering av talk för användning vid beläggning av papper, k ä n n e t e c k n a t därav, att talken dispergeras i en vattenbaserad lösning innehållande 0,1 - 2 %, räknat på talkens vikt, av ett polyakrylsyradispergeringsmedel med en viktmedelmolekylvikt av mindre än 100 000 och ett nonjoniskt eller anjoniskt vätningsmedel som är en oxietylerad och/eller oxipropylerad fettalkohol, oxietylerad och/eller oxipropylerad fettsyra, oxietylerad och/eller oxipropylerad alkylfenol, oxietylerad och/eller oxipropylerad fettamin, alkyletersulfat, olefinsulfonat, alkylbensulfonat, alkylfenoletersulfat, alkylsulfat, aminetersulfat eller dialkylsulfosuccinat, varvid vätningsmedlet är närvarande i en mängd av 0,1 - 2,5 %, räknat på talkens vikt, och eventuellt en effektiv mängd av ett anti-skumningsmedel, varvid lösningen har ett pH av 7 - 11.

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att man använder ett dispergeringsmedel som har en talmedelmolekylvikt som är större än 1 000 och företrädesvis mindre än 10 000.

3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att man använder ett vätningsmedel som har 1 eller 2 alkylgrupper med 8 - 10 kolatomer, t.ex. dioktylsulfosuccinat.

4. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att man använder ett anti-skumningsmedel, som är en fettalkohol eller en silikon.

5. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att talken har en huvuddel av oartiklar som är mindre än 2,5 μ m.

6. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att talken dispergeras i en mängd av minst 60 vikt-%.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Suomi-Finland(FI) 56 872 (D 21 H 1/22).